

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
21. Mai 2004 (21.05.2004)

PCT

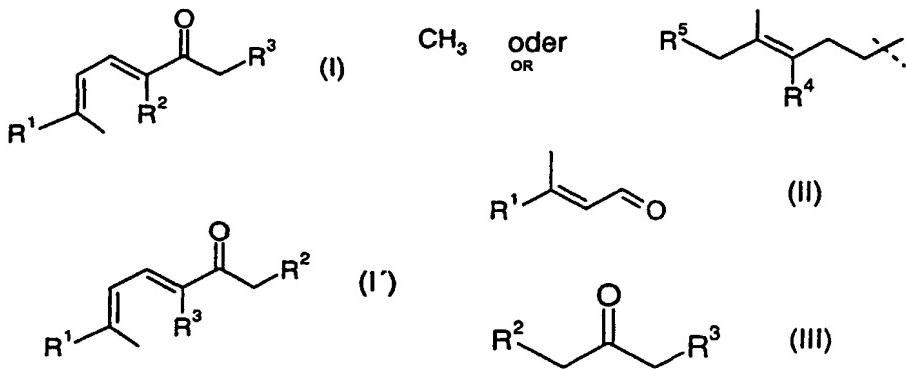
(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2004/041764 A1

- (51) Internationale Patentklassifikation⁷: C07C 45/54, 49/203, 403/16
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2003/011926
- (22) Internationales Anmeldedatum: 28. Oktober 2003 (28.10.2003)
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität: 102 52 259.6 7. November 2002 (07.11.2002) DE
- (71) Anmelder (*für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US*): BASF AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE]; 67056 Ludwigshafen (DE).
- (72) Erfinder; und
- (75) Erfinder/Anmelder (*nur für US*): DOBLER, Walter [DE/DE]; Kurpfalzring 38, 68723 Schwetzingen (DE). BAHR, Nicolaus [DE/DE]; Panoramastr.69, 69126 Heidelberg (DE). BREUER, Klaus [DE/DE]; Ziegeleistr. 10, 67122 Altrip (DE). KINDLER, Alois [DE/DE]; Rosenweg 3, 67269 Grünstadt (DE).
- (74) Gemeinsamer Vertreter: BASF AKTIENGESELLSCHAFT; 67056 LUDWIGSHAFEN (DE).
- (81) Bestimmungsstaaten (*national*): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: CONTINUOUS PROCESS FOR PRODUCING PSEUDOIONONES AND IONONES

(54) Bezeichnung: KONTINUIERLICHES VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON PSEUDOJONONEN UND JONONEN



(57) Abstract: The invention relates to a continuous process for producing pseudoionones of general formulas (I) and (I') as well as isomers thereof, whereby: R¹ represents CH₃ or (a); R² and R³ represent hydrogen, CH₃ or C₂H₅, and; R⁴ and R⁵ represent hydrogen or CH₃. These pseudoionones are produced by reacting an aldehyde of formula (II) with an excess of a ketone of general formula (III), whereby R¹, R² and R³ have the aforementioned meanings, in the presence of water and alkali hydroxide at an increased temperature and in a homogeneous solution. The inventive process is characterized in that: a) the intermixing of the homogeneous solution consisting of aldehyde, ketone and aqueous alkali lye occurs at a temperature ranging from 10 to 120 °C; b) the undissolved water and alkali hydroxide contained in the reaction mixture are subsequently separated out; c) while avoiding back mixing, the homogeneous reaction mixture is then guided through a reactor, which permits a residence time ranging from 2 to 300 minutes, at a temperature that is 10 to 120 °C higher than the boiling point of the lowest-boiling component and under a vapor pressure p ranging from 10⁶ to 10⁷ Pa; d) the reaction mixture is cooled by expansion; e) ketone is removed from the reaction mixture using vapor flowing in the opposite direction and; f) the raw product is dried and rid from excessive aldehyde and secondary components via a rectification column.

(57) Zusammenfassung: Kontinuierliches Verfahren zur Herstellung von Pseudojononen der allgemeinen Formeln (I) bzw. (I') sowie ihrer Isomeren siehe Papierexemplar bzw. siehe Papierexemplar wobei R1 siehe Papierexemplar bedeutet, R2, R3 Wasserstoff, CH3 oder C2H5 bedeuten, R4, R5 Wasserstoff oder CH3 bedeuten, durch Umsetzen eines Aldehyds der Formel (II), siehe Papierexemplar mit einem

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 2004/041764 A1



MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

- (84) **Bestimmungsstaaten (regional):** ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL,

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

Überschuss eines Ketons der allgemeinen Formel (III)siehe Papierexemplar wobei R1, R2 und R3 die oben angegebenen Bedeutungen besitzen, in Gegenwart von Wasser und Alkalihydroxid bei erhöhter Temperatur in homogener Lösung, dadurch gekennzeichnet, dass a) die Durchmischung der homogenen Lösung von Aldehyd, Keton und wässriger Alkalilauge bei einer Temperatur von 10 bis 120°C stattfindet, dannb) das nicht im Reaktionsgemisch gelöste Wasser und Alkalihydroxid abgetrennt werden,c) anschließend das homogene Reaktionsgemisch unter Vermeidung von Rückvermischung bei einer Temperatur, die 10 bis 120°C oberhalb des Siedepunktes der am niedrigsten siedenden Komponente und einem Dampfdruck p von 106 bis 107 Pa durch einen Reaktor geleitet wird, der eine Verweilzeit von 2 bis 300 Minuten ermöglicht, d) das Reaktionsgemisch unter Entspannung abgekühlt wird,e) Keton mit Dampf im Gegenstrom aus dem Reaktionsgemisch entfernt wird undf) das Rohprodukt getrocknet und über eine Rektifikationskolonne von überschüssigem Aldehyd und Nebenkomponenten befreit wird